Rev. CO070001

逆相クロマトグラフィー用カラム

TSKgel ODS-100V 3μm
TSKgel ODS-100V 5μm
TSKgel ODS-100Z 3μm
TSKgel ODS-100Z 5μm

取扱説明書

TOSOH
東ソー株式会社

ご使用の前に

- この製品を使用する前に，必ずこの取扱説明書をよく読んで理解してください．
- この取扱説明書は，いつも手元においてご使用ください．
- 製品本来の使用方法及び取扱説明書で指定した使用方法を守ってください．
- この取扱説明書の安全に関する指示に対しては，指示内容を理解の上，必ず従ってください．
  以上の指示を厳守してください．
  指示に従わないと，けがや事故の恐れがあります．

【取扱説明書について】

- 取扱説明書の内容は，製品の性能・機能の向上により将来予告なしに変更することがあります．
- 取扱説明書の全部又は一部を無断で転載，複製することは禁止しています．
- 取扱説明書を紛失したときは，弊社営業担当者までお問合せください．
- 取扱説明書の内容に関しては万全を期していますが，万一不審な点や誤り，記載漏れに気づいたときは，お手数ですが巻末の連絡先までご連絡ください．

安全上のご注意

- ご使用の前に，この“安全上のご注意”をよくお読みのうえ，正しくお使いください．
- この項目は，いずれも安全に関する内容ですので，必ず守ってください．
- “警告”“注意”の意味は次のようになっています．

⚠ 警告	回避しないと，死亡又は重傷を招く可能性がある状況を示します．
⚠ 注意	回避しないと，軽傷を負うか又は物的損害が発生する危険な状況を示します．

ご使用時

⚠ 警告

● 火気厳禁

- 引火性のある溶媒を使用する場合，火気の使用は厳禁です．火災，爆発の原因になります．

⚠ 注意

● 換気に注意を

- 引火性，毒性のある溶媒を使用する場合，十分換気をしないと火災，爆発，中毒の原因になります．

● 液漏れに注意を

- 溶媒などの液漏れは，感電，中毒，薬傷，火災，腐食などの原因になります．液漏れの場合は，適切な保護具を着用し，液を取り除いてください．

⚠ 注意

● 保護具の着用を

- 有機溶媒や酸などの溶離液を取扱う場合は，保護メガネ，手袋などの保護具をご使用ください．薬傷を負う恐れがあります．

● 取扱いに注意を

- 取扱いが不適切であると，カラムの性能を損なうことがあります．取扱いには十分注意してください．

● 適切な使用方法を

- このカラムは分離，精製などに用いるもので，それ以外の目的には使用しないでください．

● 圧力に注意を

- 急激な圧力上昇は，カラムの性能を損なう原因になります．また，カラム材質により破裂，飛散などの可能性がありますので，規定以上の圧力にならないようにご注意ください．適切な保護具を着用し，十分注意して作業を行ってください．

● 分離精製物の取扱いに注意を

- 得られた分離精製物又は精製溶液を製品及び中間体として使用する場合は，十分にその安全性の確認を行ってご使用ください．

● 処分には適切な処置を

- 廃棄する場合は，産業廃棄物として適切な処置を行ってください．

取扱い上のご注意（充てん剤に関する注意）

応急処置	眼に入った場合	• 流水で15 分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるように行う． • 医師の手当てを受ける．
	皮膚に付着した場合	• 水などで洗い流す．
	吸入した場合	• 空気の新鮮な場所に移動してうがいを行う．
	飲み込んだ場合	• 口腔を水洗し，医師の手当てを受ける．
取扱い及び保管上の注意	火気などの注意	• 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用及び接地などを行う．
	換気	• 換気設備などで換気する．
	取扱い時の保護具	• 取扱いの際は保護メガネ及び防じんマスクを着用する．
廃棄上の注意	処分方法	• 廃棄する場合は認定を受けた産業廃棄物処分業者に委託する．
	一般的な留意事項など	• 処分作業は取扱い及び保管上の注意事項に留意して行う．

□オクタデシル基導入シリカゲル

取扱い上のご注意（出荷溶媒に関する注意）

応急処置	眼に入った場合	• 流水で15 分以上洗眼する．その際は瞼を開き水が全面にゆきわたるように行う． • 医師の手当てを受ける．
	皮膚に付着した場合	• 水などで洗い流し，医師の手当てを受ける．
	吸入した場合	• 空気の新鮮な場所に移動してうがいを行い，医師の手当てを受ける．
	飲み込んだ場合	• 口腔を水洗し，医師の手当てを受ける．
取扱い及び保管上の注意	火気などの注意	• 火気の使用を禁じ火花の発生を防止するための防爆工具の使用及び接地などを行う．
	換気	• 発散源を密閉する設備又は局所排気設備で換気する．
	身入り容器の取扱い	• 容器は破損につながる粗暴な取扱いをしない．
	身体の洗浄	• 取扱い後は顔，手，口などを水洗する．
	取扱い時の保護具	• 取扱いの際は耐油性手袋，保護メガネ及び有機ガス用保護マスク，保護衣，長靴などを着用する．
	危険有害物などの保管	• 火気，加熱などに注意して保管する． • その他のものと区分けし，漏れ，飛散，こぼれなどに注意して保管する．
	空容器の保管	• 空容器は残存物の発散を防ぎ屋外の一定の場所に置く．
廃棄上の注意	処分方法	• 廃棄する場合は認定を受けた産業廃棄物処分業者に委託する．
	一般的な留意事項など	• 処分作業は可燃物，有害物の取扱い及び保管上の注意事項に留意して行う．
	空容器の処分	• 空容器を処分する場合は，水，蒸気などで十分に洗浄して残留物がないことを確かめた後に行う．
	処分上の注意	• 焼却処分する場合は窒素酸化物ガスを発生するので排ガス対策を行う．（アセトニトリル含有溶媒）

□ 出荷溶媒；アセトニトリル

目　次

1. はじめに …… 1
2. ご使用の前に …… 1
3. カラム各部の名称 …… 2
4. 装置への接続と注意 …… 2
5. カラムの保存方法 …… 6
6. 溶媒の選択 …… 7
7. 使用流速 …… 9
8. 使用温度 …… 12
9. 試料溶液の調製 …… 12
10. 理論段数，非対称係数の測定 …… 13
11. ガードカラム …… 14
12. トラブル発生時の処置法 …… 16
13. 品質規格及び保証 …… 17
14. おわりに …… 20

2009 年 9 月作成

1. はじめに

TSK-GEL ODS-100V シリーズ及び TSK-GEL ODS-100Z シリーズは，薬物，ペプチドなどの低分子化合物測定用カラムです．

この高性能カラムの性質を十分に発揮させて効果的にご使用いただくために，ご使用の前にこの取扱説明書をよくお読みのうえ，正しくご使用くださいますようお願いいたします．

2．ご使用の前に

まず，こん包状態及びカラムの外観に異常はないか確かめてください．

図 1　こん包外観図

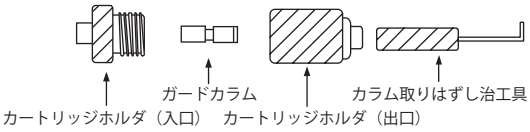
カラムと別に次の品物が入っていますので，ご確認ください．

- 取扱説明書 …… 1 通
- 検査票（INSPECTION DATA）…… 1 通
- 充てん剤検査票（CERTIFICATE OF ANALYSIS）… 1 通

3. カラム各部の名称

分析カラム < 内径 2.0mm，3.0 mm, 4.6 mm>

ガードカラム < 内径 3.2 mm ×長さ 1.5 cm>（内径 4.6 mm 分析カラム用）



分析カラム < 内径 2.0 mm ×長さ 1 cm>

ガードカラム < 内径 2.0 mm ×長さ 1 cm>（内径 2.0 mm，3.0 mm 分析カラム用）

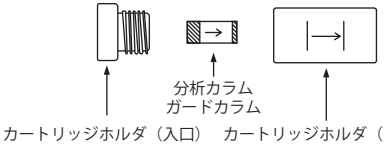


図 2　カラム見取図

4. 装置への接続と注意

4-1　カラム部品の接続方式

TSK-GEL ODS-100V シリーズ及び TSK-GEL ODS-100Z シリーズのカラムはねじ込み方式で，これらのカラムのネームプレートには，品名，Column No. などを記載しています．

一方，ガードカラム及び内径 2.0 mm ×長さ 1 cm の分析カラムは，カートリッジ方式であり，袋にはり付けてあるラベルの品名をご確認のうえご使用ください．

なお，判別のため，内径 2.0 mm ×長さ 1 cm の分析カラム及びガードカラムについては，カラムの胴体部に品番あるいはライン（TSKgel ODS-100V 3μm：2 本ライン）を付けています．

4-2　カラムの通液方向

図 2 に示した矢印の方向，すなわちネームプレートの FLOW の矢印のとおりに使用してください．逆方向に長時間液を流すと，カラムの性能が低下します．

4-3　気泡の混入防止

カラムを装置に接続する際，又は取りはずす際に，カラム内に空気を入れないよう十分注意を払い，必ず装置の全配管系の気泡を除いた後，カラムを装置に接続してください．カラム内に気泡を入れますとチャネリングなどにより性能が低下します．

4-4　カラムの接続

4-4-1　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てくる場合

カラムは装置の全配管系の気泡を除いたことを確認して接続します．カラムの入口側のエンドプラグをはずしたとき，エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てきた場合，先に述べたように気泡をカラムに入れないよう注意しながら装置に接続してください．

4-4-2　エンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合

カラム入口側のエンドフィッティングより溶媒がにじみ出てこない場合には，カラム出口側エンドフィッティングと装置とを接続し送液ポンプにより溶媒を送り，逆流しによって入口側エンドフィッティング付近の気泡を溶媒で押し出してください（この際，急激な加圧，又は送液は，カラムの性能が低下しますので，溶媒は最大圧力の 1/2 以下となる流速で送り込んでください）．

4-4-3　気泡が出ないことを確認したら

カラム入口側エンドフィッティングより気泡が出ないこと及び溶媒がにじみ出ることを確認した後，カラムを正常な通液方向にして，入口側エンドフィッティングと装置とを接続してください．

4-4-4　装置への接続と注意点

カラムと装置との接続は，1/16 インチリードパイプを用いますが，分析用ではデッドボリュームを少なくするためリードパイプの長さを短くして，さらに，内径 0.4 mm 以下のものを用いてください．リードパイプは，エンドフィッティングの奥に当たるまで差し込んでおいた状態でフェラルを固定してください．リードパイプとエンドフィッティングとの間にすき間があると，溶媒の流れが乱れ，分離能が低下します．

次の点について，ご配慮ください．

1）カラムコネクタフェラルの位置

カラムと装置との接続には，外径 1/16 インチのリードパイプを用います．ねじ込み方式カラムのフェラルの固定位置は，従来の当社カラムの先端部長さ（h ＝ 4 mm）とは異なり，**図 3** に示すようにパイプ先端から 2 mm となっていますのでご注意ください．先端部が長すぎたり短すぎたりする場合，バンドの広がりの原因となり，十分な性能を維持することができなくなることがありますので注意が必要です．

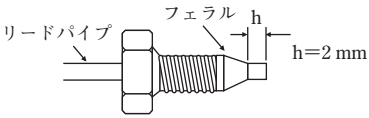


図 3　TSK-GEL ODS-100V シリーズ及び TSK-GEL ODS-100Z シリーズのカラムにおけるコネクタフェラルの位置

2）接続パイプの先端部の加工

リードパイプの先端部端面は，**図 4** のように加工精度を高くする必要があります．先端部が変形していたりつぶれていたりする場合，バンドの広がりの一因となりますので注意が必要です．接続には，端面処理された当社カラムパイプをご使用いただければ，端面処理の心配はありません．

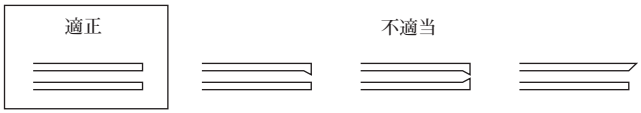


図 4　接続パイプの端面加工

3）接続配管長さ（容量）

インジェクタ / カラム間及びカラム / 検出器間の配管は小さい容量を用います．容量ではいずれも 2 μL 以下が好ましく，0.1 mm 内径の配管では長さ 20 cm 以下が適切です．

4）検出器

フローセル容量が 2 μL 以下のフローセルを用いると，高い理論段数が得られます．通常の 8 ～ 10 μL（ヒートシンク付き）のフローセルでは，バンドの広がりが大きく理論段数が低下します．ヒートシンクを取りはずした場合，理論段数が向上します．

検出器の時定数は 50 ms 以下に設定してください．1.0 s では，40 ％程度性能が低下します．

5）TSKgel ODS-100V 3 μm の内径 1.0 mm カラムの接続

このカラムの性能を発揮させるため，次の点に配慮したシステムでのご使用を推奨いたします．

インジェクタ：1 μL 以下の注入が可能なマイクロ LC 対応インジェクタを使用
検出器　　：セル容量 80 nL 以下のマイクロ LC 対応検出器を使用
配　管　　：内径 50 μm 以下，長さ 50 cm 以下のもので接続

4-5　測定開始前

カラムの接続終了後，測定を開始しますが，その際，先にも述べましたように急激な加圧，送液はカラムの性能が低下しますので避けてください．とくに急激な圧力の立上がりを示す送液ポンプは使用しないでください．

4-6　脈流対策

このカラムは，脈流に対して非常に影響を受けやすいので，十分に注意してください．送液ポンプは，脈動のないものを選んでください．もし脈動のあるポンプをご使用の場合は，パルスダンパ（アキュムレータ）をポンプ吐出側に接続して，脈流を消去してください．

4-7　HPLC システム

グラジエント溶出を行う場合（特にセミミクロカラムを使用する場合），デッドボリュームが小さく，高精度で再現性の高い高圧（吐出）グラジエント方式をおすすめします．

4-8　測定終了後

4-8-1　測定温度が室温より高い場合

測定終了後，すぐにポンプを止めないで，カラムの温度が室温に下がるまで送液を続けてください．温度が高い状態のままポンプを止めると，溶媒の収縮によりカラム内に気泡を引き込むことがあります．

4-8-2　測定が終了し，翌日も同一カラム系で測定される場合

全配管系の漏れがなければ，装置内に接続したままで，翌日使用されてもかまいません．ただし，次の使用が 3 日以上後になる場合には，次の操作を行い，カラムを保存してください．

4-8-3　溶離液として塩水溶液を使用していた場合

使用した緩衝液又は塩溶媒が析出しない濃度の水溶性有機溶媒と蒸留水又はイオ

ン交換水との混合溶媒で全配管系を十分洗浄してください．洗浄は，**表 1** に示す最大圧力を超えない流速で行ってください．また，液量は，カラム内容積分と配管系を置換するために必要な溶媒量以上としてください．

4-8-4　溶離液として水溶性有機溶媒と塩水溶液との混合溶媒を使用していた場合

全配管系を測定溶液と同じ比率の水溶性有機溶媒と蒸留水又はイオン交換水との混合溶媒で洗浄してください．洗浄時の液量及び流速は **4-8-3** 項と同じです．

4-8-5　溶離液として有機溶媒又は有機溶媒と水との混合溶媒を使用していた場合

特に洗浄は必要ありません．

4-8-6　長期保存の場合

再使用までの期間が比較的長い場合には，**5-1 保存方法**に従ってカラムを保存してください．

5. カラムの保存方法

5-1　保存方法

4-8-3 ～ **4-8-5** 項の操作を施した後，カラムを装置からはずし，両端をカラム納入時と同じようにエンドプラグを使って封をしてください．また，カートリッジ方式のガードカラムは，カートリッジホルダからの脱着を繰り返し行うことによってカラムの性能が低下する場合がありますので，カートリッジホルダに装着した状態のまま，カートリッジホルダの両端にエンドプラグを使って封をすることを推奨いたします．

5-2　保存時の温度

カラムは室温にて温度変化の小さい場所（恒温室）に保存してください．

5-3　直射日光

直射日光を避けて保存してください．

5-4　腐食性ガス

腐食性ガスが発生しない安全な場所に保存してください．

6. 溶媒の選択

6-1 使用溶媒への置換

TSK-GEL ODS-100V シリーズ及び TSK-GEL ODS-100Z シリーズのカラムは，出荷溶媒がアセトニトリルとなっていますので，使用溶媒に置換して，ご使用ください．溶媒の置換は，測定流速の 1/2 の流速か，**表 1** に示す最大圧力を超えない流速で行ってください．

なお，使用溶媒と出荷溶媒との間に相溶性がない場合には，双方の溶媒に溶解する溶媒組成で一度置換してください．また，大幅な溶媒組成の変化及び頻繁な溶媒交換は，カラムの性能低下を早めますので，ご注意ください．

6-2 水溶液系で使用する場合の使用可能な pH 範囲

溶離液として水溶液系で使用する場合，混合する水溶液の pH にご注意ください．溶離液の pH は，pH 2.0 ～ 7.5 の範囲でご使用ください．また，使用可能な pH の上限付近においては溶離液及び測定条件によりカラム寿命が短くなる場合があります．

6-3 水溶液系で使用する場合の有機溶媒濃度

緩衝液などの塩溶液と水溶性有機溶媒との混合系では，塩が析出しないことを確認してください．塩が析出するとカラムが急激に劣化する場合があります．

なお，TSK-GEL ODS-100V シリーズは緩衝液などの水 100 %溶離液系で使用できますが，試料や溶離液中の吸着成分の蓄積によりカラム寿命が短くなる場合があります．

6-4 溶媒選択の目安

分配,吸着型充てん剤は,充てん剤に対する移動相（溶媒）と試料との親和力（極性）の差によって試料を分離します．このため親和力の弱い移動相を用いると，試料は吸着され，測定時間が長くなります．逆に充てん剤より親和力の強い移動相を用いると，試料は分離されず溶出します．したがって，適切な親和力の溶媒を選択する必要があります．

6-5 溶媒選択の注意事項

カラムの性能を十分に発揮させるために，またカラムの劣化を早めないために，次の注意を必ず守ってください．

6-5-1 検出器との関係

試料と移動相との物性の差により定量を行うので，UV 吸収の差，屈折率の差に注意してください．RI 検出器を使用する場合は，試料との屈折率の差の大きい溶媒，また UV 検出器を使用する場合は，測定波長において吸収の弱い溶媒を選択してください．

6-5-2　溶媒の粘度

粘度の高い溶媒を用いるときは，圧力損失が大きくなり，ポンプ，カラムの劣化原因となりますので，ご注意ください．

6-5-3　溶媒の沸点

25 ℃以上でご使用のときは，溶媒の沸点にご注意ください．

6-5-4　試料の溶解度

試料が完全に溶解する溶媒を選択してください．試料が完全に溶媒に溶解しない場合，カラム内での析出によるつまり，充てん剤の劣化の原因となります．

6-5-5　溶媒中の不純物

溶離液に使用した水及び試薬中の不純物はゴーストピークの原因となるばかりではなく，カラムを汚染し，劣化を早めます．したがって，水は超純水，HPLC 用蒸留水又は注射用蒸留水を使用し，有機溶媒は HPLC グレードを使用してください．試薬類は HPLC グレード又は特級品を使用してください．また，溶離液はフィルタ（0.22 μm 又は 0.45 μm）でろ過したものを使用してください．調製後 3 日以上経過した溶離液の使用は避けてください．

6-5-6　ラインフィルタ

溶離液に含まれる微粒子及び不純物のカラム内への進入を防ぐため，インジェクションバルブと送液ポンプとの間にラインフィルタ（フィルタアッセンブリ，品番 0014594 とフロロポアフィルタ 0.45 μm，品番 0006280）を取り付けてください．フィルタの交換時期は，使用する溶離液の種類又は溶離液の通液量によって異なりますが，流速 1.0 mL/min で送液した場合に，装置配管系の圧力損失がラインフィルタ装着直後よりも，1.5 ～ 2.5 MPa 上昇したときをフィルタ交換の目安としてください．また，フィルタ交換頻度が非常に高くなった場合は，フィルタ交換時にフィルタガードを超音波洗浄してください．組み立て時についてはフィルタアッセンブリに添付されている取扱説明書を参照してください．

6-6　特定カラムに使用する溶離液の注意事項

TSKgel ODS-100V 3μm 及び TSKgel ODS-100Z 3μm のカラムは汚れに対して非常に敏感です．充てん剤表面への微量吸着成分の蓄積，微粒子による充てん剤粒子間の目づまりなどによりカラムの性能が低下しますと，再生が困難となります．したがって，これらのカラムを使用する場合は，**6-5-5**，**6-5-6** 項の注意を必ず守ってください．

6-7　脱気操作

溶媒の置換時（とくに有機溶媒添加系への置換時）及び測定時に，溶媒から気泡が発生し，カラム内へ気泡が混入されることがあります．この気泡の発生を防ぐために，あらかじめ溶離液の脱気を十分に行ってください．

7. 使用流速

7-1　流速設定について

使用流速は，分離能，測定時間，カラムの耐久性などを考慮して選択されます．流速が高いほど測定時間は短くなりますが，分離能は逆に流速が低いほど向上します．また，カラム耐久性の面からは流速が低い方が好ましく，トップオフ現象（カラム液入口側にすき間の空く現象）を起こしにくい利点があります．

7-2　適正流速

カラムの適正流速及び最大流速は，使用する溶離液の有機溶媒の種類及び組成によって異なります．

カラムを初めて使用する場合，線速度が 6 cm/min に相当する流速（内径 1.0 mm カラムでは流速 0.05 mL/min，内径 2.0 mm カラムでは流速 0.20 mL/min，内径 3.0 mm カラムでは流速 0.43 mL/min，内径 4.6 mm カラムでは流速 1.00 mL/min）を目安としてください．

なお，最大圧力付近では，使用する溶離液の種類によってカラムの寿命が短くなることがありますので注意してください．最大圧力を**表 1** に示します．

7-3　溶媒の粘度

使用溶媒の粘度が低ければ，流速を高めにすることができます．逆に，溶媒の粘度が高ければ，流速を低めに設定してください．

表１　最大圧力

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)× 長さ(cm)	最大圧力 (MPa)
0021838	TSKgel ODS-100V 3μm	1.0×3.5	15.0
0021839	〃	1.0×5	15.0
0021814	〃	2.0×1	30.0
0022700	〃	2.0×2	12.0
0021813	〃	2.0×3.5	15.0
0021812	〃	2.0×5	15.0
0021811	〃	2.0×7.5	21.0
0021938	〃	2.0×10	24.0
0021810	〃	2.0×15	24.0
0022701	〃	2.0×25	30.0
0022702	〃	3.0×2	12.0
0022703	〃	3.0×3.5	12.0
0021842	〃	3.0×5	15.0
0021843	〃	3.0×7.5	21.0
0021939	〃	3.0×10	24.0
0021844	〃	3.0×15	24.0
0022704	〃	3.0×25	30.0
0022705	〃	4.6×2	12.0
0022706	〃	4.6×3.5	12.0
0021831	〃	4.6×5	15.0
0021830	〃	4.6×7.5	21.0
0021940	〃	4.6×10	24.0
0021829	〃	4.6×15	24.0
0022707	〃	4.6×25	30.0
0022708	TSKgel ODS-100V 5μm	2.0×1	28.0
0022709	〃	2.0×2	9.0
0022710	〃	2.0×3.5	9.0
0021457	〃	2.0×5	18.0
0022711	〃	2.0×7.5	18.0
0022712	〃	2.0×10	18.0
0021458	〃	2.0×15	18.0
0022713	〃	2.0×25	18.0
0022714	〃	3.0×2	9.0
0022715	〃	3.0×3.5	9.0
0022716	〃	3.0×5	12.0
0022717	〃	3.0×7.5	18.0
0022718	〃	3.0×10	18.0
0022719	〃	3.0×15	18.0
0022720	〃	3.0×25	18.0
0022721	〃	4.6×2	9.0
0022722	〃	4.6×3.5	9.0
0022723	〃	4.6×5	12.0
0022724	〃	4.6×7.5	18.0
0022725	〃	4.6×10	18.0
0021455	〃	4.6×15	18.0
0021456	〃	4.6×25	21.0

表１　最大圧力

（つづき）

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)× 長さ(cm)	最大圧力 (MPa)
0022726	TSKgel ODS-100Z 3μm	2.0×1	30.0
0022727	〃	2.0×2	12.0
0022728	〃	2.0×3.5	15.0
0022729	〃	2.0×5	15.0
0022730	〃	2.0×7.5	21.0
0022731	〃	2.0×10	24.0
0022732	〃	2.0×15	24.0
0022733	〃	2.0×25	30.0
0022734	〃	3.0×2	12.0
0022735	〃	3.0×3.5	12.0
0022736	〃	3.0×5	15.0
0022737	〃	3.0×7.5	21.0
0022738	〃	3.0×10	24.0
0022739	〃	3.0×15	24.0
0022740	〃	3.0×25	30.0
0022741	〃	4.6×2	12.0
0022742	〃	4.6×3.5	12.0
0022743	〃	4.6×5	15.0
0022744	〃	4.6×7.5	21.0
0022745	〃	4.6×10	24.0
0022746	〃	4.6×15	24.0
0022747	〃	4.6×25	30.0
0022748	TSKgel ODS-100Z 5μm	2.0×1	28.0
0022749	〃	2.0×2	9.0
0022750	〃	2.0×3.5	9.0
0021460	〃	2.0×5	18.0
0022751	〃	2.0×7.5	18.0
0021752	〃	2.0×10	18.0
0021459	〃	2.0×15	18.0
0022753	〃	2.0×25	18.0
0022754	〃	3.0×2	9.0
0022755	〃	3.0×3.5	9.0
0022756	〃	3.0×5	12.0
0022757	〃	3.0×7.5	18.0
0022758	〃	3.0×10	18.0
0022759	〃	3.0×15	18.0
0022760	〃	3.0×25	18.0
0022761	〃	4.6×2	9.0
0022762	〃	4.6×3.5	9.0
0022763	〃	4.6×5	12.0
0022764	〃	4.6×7.5	18.0
0022765	〃	4.6×10	18.0
0021461	〃	4.6×15	18.0
0021462	〃	4.6×25	21.0

8. 使用温度

8-1 使用温度範囲

次に示す範囲内の温度でご使用ください．

TSK-GEL ODS-100V シリーズ：10 ℃ ～ 50 ℃

TSK-GEL ODS-100Z シリーズ：10 ℃ ～ 50 ℃

※使用温度の上限では，溶離液及び測定条件によりカラム寿命が短くなる場合があります．

8-2 加温状態で測定する場合

溶媒はよく脱気してご使用ください．加温状態での測定が終了したらカラムの保護のため，**4-8-1** 項の注意を必ず守ってください．

9. 試料溶液の調製

9-1 試料調製

溶離液を用いて調製してください．

9-2 試料溶液中に不溶分，ゲル分がある場合

遠心分離又はマイクロポアフィルタ（0.45 μm など）によるろ過精製を必ず行ってください．肉眼では見ることはできなくても，不溶分が存在する可能性があります．特に，**6-6** 項 特定カラムを使用する場合には，必ず試料はマイクロポアフィルタ（0.22 μm 又は 0.45 μm）でろ過してください．

9-3 試料溶液の組成

試料液の塩濃度，pH，有機溶媒の添加量を溶離液にあわせてください．

グラジエント溶出を行う場合は，初期溶離液に溶解することをおすすめします．

塩濃度の高い試料は，脱塩して注入してください．

また，溶離液と混合することによって，不溶性物質を生成するような試料は，注入できませんので注意してください．

10. 理論段数，非対称係数の測定

カラムの理論段数，非対称係数及び測定条件は，検査票（INSPECTION DATA）記載のとおりです．

10-1　理論段数計算法

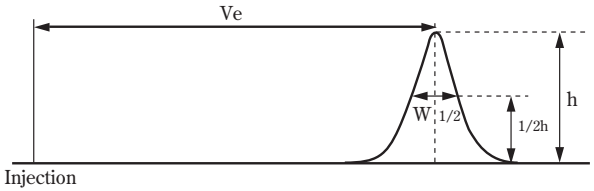


図 5　理論段数計算法

カラムの理論段数は，半値幅法により計算を行っており，カラム当りの段数で表示してあります．

$N = 5.54\ (Ve/W_{1/2})^2$

Ve　：溶出時間　　（min）

$W_{1/2}$ ：ピーク半値幅（min）

h　：ピーク高さ

N　：カラム当りの理論段数

10-2　非対称係数計算法

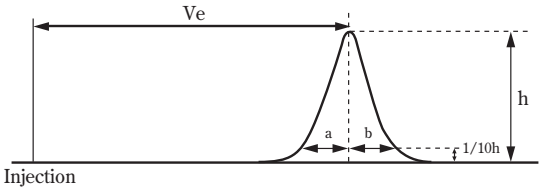


図 6　非対称係数計算法

カラムの非対称係数は，1/10h 法により計算を行っています．

$As = b/a$

As　：非対称係数

なお，カラム検定は，デッドボリュームを小さくした装置で測定しております．

デッドボリュームの大きい装置を使用した場合，又は注入量を多くした場合は，規格値よりも低い理論段数を示すことがありますので，ご注意ください．

11. ガードカラム

11-1 ガードカラムの設置効果

試料中に充てん剤に吸着する物質が存在する場合，それがカラムの入口側に吸着され，しだいに蓄積し，カラムの段数低下，性能変化の原因となります．このようなとき，分析カラムの入口側にあらかじめガードカラムを接続しておいた場合，ガードカラムを交換することで吸着物質により劣化した性能を元の状態に戻すことが可能となります．より確実にトラブル発生を防ぐためにガードカラムをご使用ください．

ガードカラムの使用効果としては，

① 脈流，異常流速，圧力の増減による分析カラムのトップオフ防止

② 吸着性物質，不溶性物質のカットによる分析カラムの保護

などがあり，トラブル発生を防止できます．ただし，ガードカラムは，分析用カラムではありませんので，ガードカラムの接続により分離能が向上することを目的としておりません．あくまでもトラブル防止対策としてご使用ください．

11-2 ガードカラムの種類と選択

TSK-GEL ODS-100V シリーズ及び TSK-GEL ODS-100Z シリーズには，分析カラム用のガードカラムとして，カートリッジ方式の TSKguardgel を用意しています．**表 2，3** にガードカラム及びカートリッジホルダの仕様を示します．接続対象カラムのグレード，カラムサイズにより使用されるガードカラムは異なります．ガードカラムを正しく選択し，接続される対象カラムの性能が十分発揮されるようお使いください．

表 2　ガードカラムの種類

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	対象カラム 内径(mm)× 長さ(cm)
0021997	TSKguardgel ODS-100V 3μm	2.0×1	TSKgel ODS-100V 3μm (2.0×5, 7.5, 10, 15, 25) (3.0×5, 7.5, 10, 15, 25)
0021841	TSKguardgel ODS-100V 5μm	2.0×1	TSKgel ODS-100V 5μm (2.0×5, 7.5, 10, 15, 25) (3.0×5, 7.5, 10, 15, 25)
0021996	TSKguardgel ODS-100Z 3μm	2.0×1	TSKgel ODS-100Z 3μm (2.0×5, 7.5, 10, 15, 25) (3.0×5, 7.5, 10, 15, 25)
0021995	TSKguardgel ODS-100Z 5μm	2.0×1	TSKgel ODS-100Z 5μm (2.0×5, 7.5, 10, 15, 25) (3.0×5, 7.5, 10, 15, 25)
0021453	TSKguardgel ODS-100V 5μm	3.2×1.5	TSKgel ODS-100V 3μm TSKgel ODS-100V 5μm (4.6×5, 7.5, 10, 15, 25)
0021454	TSKguardgel ODS-100Z 5μm	3.2×1.5	TSKgel ODS-100Z 3μm TSKgel ODS-100Z 5μm (4.6×5, 7.5, 10, 15, 25)

備考：TSKguardgel は 1 セット 3 本入りです.

表 3　カートリッジホルダ

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)
0019308	カートリッジホルダ (2.0×1)	2.0×1
0019018	カートリッジホルダ (3.2×1.5)	3.2×1.5

備考：カートリッジホルダにはフェラルとオシネが各 2 個及びステンレスパイプが 2 本附属品として付いています（品番 0019018 にはカラム取りはずし治工具も付いています）.

11-3　ガードカラムの交換

ガードカラムは，吸着容量に限界があり，寿命があります．カラムに汚染が及ぶ前に，早めに交換することが必要です.

交換の頻度は，使用目的，試料の性質（成分の性質，不純物の性質や量など），試料負荷量，溶離液，流速などの種々の要因に依存し，画一的に示すことはできません.

使用中におけるシステムの圧力上昇は，ガードカラムのエンドフィッティングのつまりや，ゲルの汚染を反映しますので，ある程度の圧力上昇が認められた場合，交換するのも一つの方法です.

測定データに変化が認められるようになった場合は，ただちに取り替えてください.

12. トラブル発生時の処置法

カラム使用中もし次のようなトラブルが発生した場合，以下の手順に従って確認をし，適切な処置を行ってください．処置が適切であれば，初期状態に近い性能に回復することもありますが，カラムの寿命，吸着物質，気泡の混入，乾操，凍結などが原因の場合には，初期状態の性能は得られませんので，カラムの取扱いには十分な注意を払ってください．

12-1　カラムエンドフィッティングトラブル

試料を注入後，急激に流量が低下した場合，同一流量でカラム購入時より大きく圧損が増大した場合，**12-1-1** ～ **12-1-3** 項の処置や確認を行ってください．

12-1-1　つまり物の押し出し

カラムを装置より取りはずし，出口側エンドフィッティングをポンプ側配管に接続し通常の流速で送液して，入口側エンドフィッティングにつまったものをカラム外に押し出してください．この操作でつまったものが取れない場合，又はエンドフィッティングが破損した場合は，**12-1-2** 項の手順に従ってエンドフィッティングの交換を行ってください．

12-1-2　エンドフィッティングの交換

新しいエンドフィッティングを用意し，つまったエンドフィッティングをカラムより取りはずします．この際，ゲルが外部に漏れないよう細心の注意を払ってください．取りはずしたエンドフィッティングに残っているゲルを，新しいエンドフィッティングに移しカラムに取り付けます．

12-1-3　エンドフィッティングの交換

交換が終わりましたら，**4-4-2** 項を参考にして，新しいエンドフィッティング側の気泡を取り除いた後，理論段数を測定し，理論段数が低下していないか確認してください．

12-2　分離能が急激に低下した場合

INSPECTION DATA の条件に従い，カラムの理論段数を測定してください．理論段数が正常であれば試料に原因があると思われます．理論段数が異常であれば，カラムの性能低下と考えられます．カラムの性能低下の場合は，以下の処置を行ってください．

カラム系の分離能が急激に低下する原因としては，**12-2-1** ～ **12-2-2** 項が考えられます．

12-2-1　エンドフィッティングにゴミなどがつまり，流路に乱れを生じる場合

12-1 項を参考にして，エンドフィッティングを洗浄又は交換後，理論段数を測定してください．

12-2-2　吸着物質が蓄積した場合

この場合は **12-3** 項を参考にしてください．

12-3　使用中に試料が吸着して溶出しないか，又は溶出がいちじるしく遅れる場合

長時間繰り返して測定しているうちに，溶出挙動がいちじるしく変化する場合がありますが，このような現象は，試料中の微量吸着成分が充てん剤表面に蓄積し表面状態が変化したために起こるものと考えられます．このような場合，性質の異なる溶媒で洗浄することにより分離能が回復することがあります．

次に洗浄方法の例を示します．

① 疎水性吸着物質の除去

有機溶媒の添加量を多くした溶離液を用いる．（例えばアセトニトリル添加量 50 vol.％以上）

② 塩基性吸着物質の除去

- 酸性水溶液と有機溶媒との混合溶液を用いる．
  （アセトニトリルと 0.1％リン酸水溶液との混合液（50/50，V/V））
- 緩衝液などの塩溶液と有機溶媒との混合液を用いる．
  （アセトニトリルと 50 mmol/L リン酸緩衝液（pH 6.0）との混合液（50/50，V/V））

13.　品質規格及び保証

13-1　検査票（INSPECTION DATA）

検定条件及び検定結果は，検査票記載のとおりです．このうち，理論段数はカラム当たりの理論段数で，圧力は検定流速での圧力を表示してあります．

13-2　品質規格

次の規格で出荷されておりますが，検定条件は INSPECTION DATA をご参照ください．

表 4　品質規格

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	理論段数 (TP/Column)	非対称係数
0021838	TSKgel ODS-100V 3μm	1.0×3.5	2,900	0.90～1.40
0021839	〃	1.0×5	4,500	0.90～1.30
0021814	〃	2.0×1	500	0.90～2.20
0022700	〃	2.0×2	1,500	0.90～1.60
0021813	〃	2.0×3.5	4,000	0.90～1.20
0021812	〃	2.0×5	5,700	0.90～1.20
0021811	〃	2.0×7.5	8,600	0.90～1.20
0021938	〃	2.0×10	11,500	0.90～1.20
0021810	〃	2.0×15	17,500	0.90～1.20
0022701	〃	2.0×25	28,000	0.90～1.20
0022702	〃	3.0×2	2,000	0.90～1.60
0022703	〃	3.0×3.5	4,000	0.90～1.20
0021842	〃	3.0×5	6,000	0.90～1.20
0021843	〃	3.0×7.5	9,000	0.90～1.20
0021939	〃	3.0×10	12,000	0.90～1.20
0021844	〃	3.0×15	18,000	0.90～1.20
0022704	〃	3.0×25	29,000	0.90～1.20
0022705	〃	4.6×2	2,500	0.90～1.60
0022706	〃	4.6×3.5	4,500	0.90～1.20
0021831	〃	4.6×5	6,500	0.90～1.20
0021830	〃	4.6×7.5	9,750	0.90～1.20
0021940	〃	4.6×10	13,500	0.90～1.20
0021829	〃	4.6×15	19,500	0.90～1.20
0022707	〃	4.6×25	30,000	0.90～1.20
0022708	TSKgel ODS-100V 5μm	2.0×1	300	0.90～2.20
0022709	〃	2.0×2	1,000	0.90～1.60
0022710	〃	2.0×3.5	2,500	0.90～1.20
0021457	〃	2.0×5	3,000	0.90～1.20
0022711	〃	2.0×7.5	5,500	0.90～1.20
0022712	〃	2.0×10	7,000	0.90～1.20
0021458	〃	2.0×15	11,000	0.90～1.20
0022713	〃	2.0×25	18,000	0.90～1.20
0022714	〃	3.0×2	1,000	0.90～1.60
0022715	〃	3.0×3.5	3,000	0.90～1.20
0022716	〃	3.0×5	4,000	0.90～1.20
0022717	〃	3.0×7.5	6,000	0.90～1.20
0022718	〃	3.0×10	8,500	0.90～1.20
0022719	〃	3.0×15	13,000	0.90～1.20
0022720	〃	3.0×25	21,000	0.90～1.20
0022721	〃	4.6×2	1,500	0.90～1.60
0022722	〃	4.6×3.5	3,000	0.90～1.20
0022723	〃	4.6×5	4,500	0.90～1.20
0022724	〃	4.6×7.5	7,000	0.90～1.20
0022725	〃	4.6×10	9,000	0.90～1.20
0021455	〃	4.6×15	14,000	0.90～1.15
0021456	〃	4.6×25	23,000	0.90～1.15

備考：内径 2.0 mm × 長さ 1 cm のカラムは 1 セット 3 本入りです.

表 4　品質規格　（つづき）

品　番	品　　名	カラムサイズ 内径(mm)×長さ(cm)	理論段数 (TP/Column)	非対称係数
0022726	TSKgel ODS-100Z 3μm	2.0×1	500	0.90～2.20
0022727	〃	2.0×2	1,500	0.90～1.60
0022728	〃	2.0×3.5	4,000	0.90～1.20
0022729	〃	2.0×5	5,700	0.90～1.20
0022730	〃	2.0×7.5	8,600	0.90～1.20
0022731	〃	2.0×10	11,500	0.90～1.20
0022732	〃	2.0×15	17,500	0.90～1.20
0022733	〃	2.0×25	28,000	0.90～1.20
0022734	〃	3.0×2	2,000	0.90～1.60
0022735	〃	3.0×3.5	4,000	0.90～1.20
0022736	〃	3.0×5	6,000	0.90～1.20
0022737	〃	3.0×7.5	9,000	0.90～1.20
0022738	〃	3.0×10	12,000	0.90～1.20
0022739	〃	3.0×15	18,000	0.90～1.20
0022740	〃	3.0×25	29,000	0.90～1.20
0022741	〃	4.6×2	2,500	0.90～1.60
0022742	〃	4.6×3.5	4,500	0.90～1.20
0022743	〃	4.6×5	6,500	0.90～1.20
0022744	〃	4.6×7.5	9,750	0.90～1.20
0022745	〃	4.6×10	13,500	0.90～1.20
0022746	〃	4.6×15	19,500	0.90～1.20
0022747	〃	4.6×25	30,000	0.90～1.20
0022748	TSKgel ODS-100Z 5μm	2.0×1	300	0.90～2.20
0022749	〃	2.0×2	1,000	0.90～1.60
0022750	〃	2.0×3.5	2,500	0.90～1.20
0021460	〃	2.0×5	3,000	0.90～1.20
0022751	〃	2.0×7.5	5,500	0.90～1.20
0022752	〃	2.0×10	7,000	0.90～1.20
0021459	〃	2.0×15	11,000	0.90～1.20
0022753	〃	2.0×25	18,000	0.90～1.20
0022754	〃	3.0×2	1,000	0.90～1.60
0022755	〃	3.0×3.5	3,000	0.90～1.20
0022756	〃	3.0×5	4,000	0.90～1.20
0022757	〃	3.0×7.5	6,000	0.90～1.20
0022758	〃	3.0×10	8,500	0.90～1.20
0022759	〃	3.0×15	13,000	0.90～1.20
0022760	〃	3.0×25	21,000	0.90～1.20
0022761	〃	4.6×2	1,500	0.90～1.60
0022762	〃	4.6×3.5	3,000	0.90～1.20
0022763	〃	4.6×5	4,500	0.90～1.20
0022764	〃	4.6×7.5	7,000	0.90～1.20
0022765	〃	4.6×10	9,000	0.90～1.20
0021461	〃	4.6×15	14,000	0.90～1.15
0021462	〃	4.6×25	23,000	0.90～1.15

備考：内径 2.0 mm × 長さ 1 cm のカラムは 1 セット 3 本入りです.

13-3 保　　証

① 現品到着後，検査票並びにこの取扱説明書に記載の条件で，カラムの理論段数及び非対称係数を確認してください．当社の責任で規格値をはずれている場合には良品と交換いたします．

② 輸送中の事故などで，カラムに破損が認められる場合には良品と交換いたします．

③ 上記，品質不良につきましては現品到着後，2週間以内にご連絡ください．
2週間を過ぎた場合は良品としてお受取りいただいたものとみなします．

④ カラムの寿命については，保証の対象外といたします．

⑤ 商品の仕様は，改良のため予告なく変更することがあります．

14. おわりに

取扱説明書の内容に関して，ご不明な点又はご質問がありましたら，巻末の連絡先にご連絡ください．

以下の名称は東ソー株式会社の登録商標です．

HLC，TSK-GEL，TSKgel，TSKgel SuperMultipore，
BioAssist，Enantio，PStQuick，
エンバイロパック/Enviropak，トヨパール/TOYOPEARL，ToyoScreen，
TOYOPEARL GigaCap，トヨパールメガキャップ/TOYOPEARL MegaCap，
トヨパールパック/TOYOPEARLPAK，TOYOPAK

東ソー株式会社　バイオサイエンス事業部

東京本社　営業部　☎(03)5427−5180　〒105-8623　東京都港区芝３−８−２
大阪支店　バイオサイエンスG　☎(06)6209−1948　〒541-0043　大阪市中央区高麗橋4−4−9
名古屋支店　バイオサイエンスG　☎(052)211−5730　〒460-0003　名古屋市中区錦1−17−13
カスタマーサポートセンター　☎(0120)17−1200　〒252-1123　神奈川県綾瀬市早川2743−1

Printed in Japan

T0909-500